

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-279978

(43) 公開日 平成10年(1998)10月20日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 1 0 M 145/40

C 1 0 M 145/40

B 0 1 F 17/56

B 0 1 F 17/56

C 1 0 M 173/00

C 1 0 M 173/00

173/02

173/02

// C 1 0 N 10: 02

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平9-81454

(22) 出願日

平成9年(1997)3月31日

(71) 出願人 000183484

日本製紙株式会社

東京都北区王子1丁目4番1号

(72) 発明者 難波 宏彰

山口県岩国市飯田町2-8-1 日本製紙

株式会社化成品開発研究所内

(72) 発明者 細川 幸司

山口県岩国市飯田町2-8-1 日本製紙

株式会社化成品開発研究所内

(72) 発明者 吉川 裕治

山口県岩国市飯田町2-8-1 日本製紙

株式会社化成品開発研究所内

(74) 代理人 弁理士 河澄 和夫

(54) 【発明の名称】 水性潤滑組成物用カルボキシメチルセルロース及び水性潤滑組成物

(57) 【要約】

【課題】 環境汚染を生ずることの無い水性の潤滑組成物用添加剤及び水性潤滑組成物を提供する。

【解決手段】 無水グルコース残基当りのカルボキシメチル基置換度が0.01以上0.4未満の水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースであることを特徴とする水性潤滑組成物用カルボキシメチルセルロース及びそれを含む水性潤滑組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 無水グルコース残基当りのカルボキシメチル基置換度が0.01以上0.4未満の水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースであることを特徴とする水性潤滑組成物用カルボキシメチルセルロース。

【請求項2】 水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースの平均粒径が、0.5 μ m以上500 μ m以下である請求項1記載の水性潤滑組成物用カルボキシメチルセルロース。

【請求項3】 水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースがアルカリ金属塩である請求項1又は2記載の水性潤滑組成物用カルボキシメチルセルロース。

【請求項4】 水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子と水の割合が、重量比で2:98~25:75であることを特徴とする水性潤滑組成物。

【請求項5】 水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースが油分を保有している請求項4記載の水性潤滑組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は環境汚染を生ずる事の無い水性の潤滑組成物用添加剤に関し、中でも切削液、潤滑液、及び静油圧無段変速装置(HSTと略)等の作動液、その他の用途に用いられる不燃性の潤滑組成物用添加剤及び水性潤滑組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、潤滑組成物用としては鉱物油が主に用いられている。また難燃性を付与した潤滑組成物も知られているが、これらは水と疎水性のオイルとからなるエマルジョン、或いは水とエチレングリコール等の親水基を含有する有機化合物とからなる混合物であるのが一般的である。

【0003】また、環境汚染を防ぐために、鉱物油を植物油等の生分解性を有するオイルに置き換えた潤滑組成物も知られている。例えば、特開平4-120195号公報には、ポリオールエステルを使用して生分解性を改良したエンジンオイルの技術が開示されている。しかしながら、石油系溶剤の使用が必須であるため、生分解率は85%程度と不完全なものであり、更に、分解には2~3週間程度の時間が必要で、この時間内に環境、生態系へ影響を及ぼす。また、ポリオールエステルと石油系溶剤とを主成分としているため、燃える(引火点300℃)という問題もあった。

【0004】また、特開平6-200283号公報においては平均粒径6 μ m以下のセルロース粒子を、水に分散させた潤滑組成物が示されている。この組成物においてはセルロース粒子の粒径が重要なパラメーターとなっており、粒子が大きすぎると粘性の発現が小さく、潤滑性が低下する問題点をもつ。

【0005】さらに、セルロース自体は湿式の媒体ミル

によって微粉砕した場合、セルロースの表面がフィブリル化が進行し、以後のハンドリングを水分散液として取り扱わねばならない。これは微細セルロースを一度乾燥し粉末化すると、粒子又は繊維同志が強固な水素結合によって凝集物を形成し、それを再度水に分散させても容易に再分散しないためである。

【0006】このため平均粒径10 μ m以下の湿式粉砕したセルロースはほとんどの場合、多くの水を含んだ状態で取り扱われ、物流コストが非常に高いという問題点を持っていた。特に、平均粒径の調節には湿式粉砕に多大なエネルギーと時間が必要だけでなく、粉砕したセルロースは常に多くの水を含んだ液、ペースト状又はケーキ状で取り扱うための物流費が多くかかり、さらに腐敗する可能性もあり、無菌状態にする必要があった。

【0007】また、塑性加工は金属素材の製造分野及び金属加工分野で広く行われておりロール圧延、プレス加工等が例示される。通常このような加工が施される場合潤滑剤をロールと被加工材料のあいだに流したり、金型に潤滑剤を吹き付けプレス加工を行うことによってロールや金型と被加工材料の焼き付きを防止している。

【0008】これらの用途で用いられる非黒鉛系水性潤滑組成物として結晶セルロースを含んだ水性潤滑組成物が特開平5-263095号公報に開示されている。結晶セルロース類に油分を含ませ水中に分散させることによって製造される温熱間塑性加工用水分散型潤滑組成物が記載されている。

【0009】しかし、結晶セルロースを用いた場合、結晶化度が高く油成分の粒子中での含有量が低くなるだけでなく、結晶化度の高いセルロースが存在するため加工物の表面に微細な欠陥が発生する可能性があった。また、分散粒子表面からの油分の散逸を防ぐため、凝固点の高い油分を用いなければならなかった。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】上記難燃性を付与した潤滑組成物は生分解性がないため、鉱物油と同じく廃棄処理方法が煩雑であり、この処理が不完全なまま排出された場合には、環境を汚染し生態系へ悪影響を及ぼす恐れがあった。

【0011】本発明は、上記従来の技術が有するこのような問題点を鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、潤滑剤、例えば前記塑性加工用潤滑剤、切削用潤滑剤、HST用作動液等として好適な、不燃性且つ環境汚染を起こす恐れのない水性潤滑組成物用添加剤及び水性潤滑組成物を提供するものである。

【0012】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決すべく本発明の水性潤滑組成物添加剤は、水不溶性又は水膨潤性のカルボキシメチルセルロース粒子を用いることを特徴としている。

【0013】すなわち、無水グルコース残基当りのカル

ボキシメチル基置換度が0.01以上0.4未満の水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースであることを特徴とする潤滑組成物用カルボキシメチルセルロースである。

【0014】さらに、水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースの平均粒径が、0.5 μ m以上500 μ m以下である潤滑組成物用カルボキシメチルセルロースは安定した潤滑性能を示す。

【0015】特に、水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースの平均粒径が、0.5~10 μ mである潤滑組成物用カルボキシメチルセルロースは、粒子の微細化によって水中での分散安定性が向上するため、潤滑組成物の分散安定剤の添加が不溶になるか又は分散安定剤の使用量を低減できる。

【0016】また、水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースアルカリ金属塩を使用する潤滑組成物用カルボキシメチルセルロースは水中での粒子分散性に優れる。

【0017】さらに、分散媒としての水に水不溶性又は水膨潤性のカルボキシメチルセルロース粒子を分散させた組成物が潤滑組成物として望ましい粘度及び潤滑性を有すること、さらに水不溶性又は水膨潤性のカルボキシメチルセルロースに油分を含浸させることによって塑性加工に適した潤滑組成物を得ることができることを見出したものである。

【0018】本発明の潤滑組成物は、水不溶性のカルボキシメチルセルロースと水のみからなるか又は油分を含浸させた水不溶性のカルボキシメチルセルロースを水に分散させて調製されたものであるため、環境中に排出された場合に分解されずに蓄積したり、或いは毒性を発現することがない。油分を含んだ水不溶性のカルボキシメチルセルロース粒子が河川に流出しても水面に油膜を形成することがなく環境への影響が最小限にとどめられるものである。また、分散媒が水であるために組成物は不燃性である。

【0019】従来の油を含浸させたセルロース粉末を配合した潤滑組成物に於いては、凝固点の低い油や室温で粘性の低い油を使用した場合、粉末から油分が抜け出易くなり分散液としての安定性が損なわれる恐れがあったが、本発明の水不溶性または水膨潤性のカルボキシメチルセルロースを用いた場合には、水中に分散させた時点で分散粒子の表面に水を含んだ膨潤層が形成され油分の散逸を抑制することができる。

【0020】また、水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースに油分を含ませる潤滑組成物は、金属圧延、金属スタンピング加工等の塑性加工の際、粒子表面のカルボキシメチルセルロース成分と油分との相互作用によって、より優れた潤滑性を示す。

【0021】本発明の水性潤滑組成物中には、分散をい

い。また錆の発生を防止する酸化防止剤を添加することでも好ましい。また、塑性加工用潤滑剤等の被加工物に圧力を加えて加工、運搬する場合に用いられる潤滑塑性物等に於いては、油を含んだ水不溶性又は水膨潤性のカルボキシメチルセルロース粒子を水に分散させ、より加圧化での潤滑性能を向上させることができる。

【0022】

【発明実施の形態】本発明に使用する水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースの原料であるセルロース、リグノセルロースは木綿等の種子毛繊維、麻類等の葉或いは茎繊維、針葉樹類或いは広葉樹類等の木材をアルカリ等で処理して精製した一般的なもののほか、パルプ、リンター、木粉、やし殻粉末、くるみ殻粉末、穀類或いは果実類由来のセルロース繊維を使用することも好ましい。また、セルロースを銅アンモニア溶液、モルホリン誘導体等何らかの溶媒に溶解し、改めて紡糸された繊維材料（再生セルロース）等のセルロースを含有する天然および合成のセルロース材料が用いられる。また用途によっては各種古紙の離解物および古紙脱墨パルプ等が用いられる。これらの原材料は目的とする微細セルロース誘導体の用途によって適時選択される。

【0023】水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースの製造法としてカルボキシメチルセルロースの製法として公知の方法を用いることができるが、カルボキシメチル基の置換度をコントロールし粒子を水不溶性又は水膨潤性にすることが必要である。このためには、無水グルコース残基当りのカルボキシメチル基置換度を0.01以上0.4未満、好ましくは0.05以上0.35以下することが有効である。0.01未満の場合には生成物の表面に十分な膨潤領域が得られず、良好な分散安定性が得られない。又、0.4以上の場合にはカルボキシメチルセルロースの大部分が水溶解性又は非常に膨潤したゲル状になり粒子として水中に存在する部分が少なくなるため十分な潤滑効果が得られない。

【0024】無水グルコース残基当りのカルボキシメチル基置換度の測定は硝酸メタノール法により測定される。

【0025】上記水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースの微粒子を得るためには、微粒子化されたセルロース材料を原料としてそれを軽度カルボキシメチル化し製造することができる。また、軽度カルボキシメチル化したセルロースの粗粒子又は繊維状物を微粒子化して製造することもできる。セルロース材料又は水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースを粉碎微粒化するにあたり公知の方法の一種又はそれ以上を組み合わせて用いることができる。

【0026】ここでは衝撃式粉碎法、磨砕式粉碎法、気流粉碎法、爆砕法、加水分解法等が例示される。具体的には例えば特開平3-163135号、特開昭56-100801号、特開昭60-173001号及び特開平

1-293144号の各公報に記載の方法が使用できる。水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースを後粉碎する場合には、加水分解や酵素分解法ではカルボキシメチル化した部分の分解が進むため、生成物の分散安定性が低下することがある。

【0027】水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースは上記の方法によって、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ 以上 $500\mu\text{m}$ 以下に粉碎される。水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースの平均粒径は潤滑組成物の用途によって異なり、随時適切な粒径のものを選択して使用される。

【0028】特に、作動液用添加剤として使用される場合には平均粒径 $15\mu\text{m}$ 以下の物が好ましい。平均粒径 $15\mu\text{m}$ 以上の場合、作動液用添加剤として用いたときに潤滑性が不足し且つ粒径が大きいため液が隅々迄行き渡りにくだけでなく、繊維同士の絡まりによる微細な塊状物が発生する。 $0.5\sim 10\mu\text{m}$ の物がさらに好ましい。平均粒径 $10\mu\text{m}$ 以下にすることによって更に流動性が向上し、塊状物の生成を抑制することができる。

【0029】また、圧延、金属加工用潤滑組成物用添加剤としては $0.5\sim 500\mu\text{m}$ の幅広い領域で使用される。 $0.5\mu\text{m}$ 以下では加圧下での潤滑性能が十分得られず、 $500\mu\text{m}$ 以上では流動性が悪くなり金型等に均一に塗布することが困難になる。

【0030】本発明に用いられる水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースとしては、アルカリ金属塩であるものが粒子の周りに形成されるCMCの膨潤層が厚くでき分散安定性、貯蔵安定性に優れ、潤滑効果も向上する。アルカリ金属塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩、セシウム塩等が挙げられるが、価格性能比の点でナトリウム塩が特に好ましい。

【0031】本発明の水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースである水性潤滑組成物用添加剤は水中での分散安定性が良いだけでなく、カルボキシメチルセルロースをセルロース粒子表面に固定化したのと同様な効果を持つ。従来の微細セルロースを用いた潤滑組成物用添加剤に比較し、微細なセルロース繊維の水和物が粘性を発揮するだけでなく、粒子表面が粘性のあるゲル状物で覆われており、その粘性及び粒子の転がり効果によって潤滑性を発揮するものである。

【0032】なお、本発明に使用する水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースは一度乾燥し粉末化しても容易に水に再溶解するため通常粉体として取扱える。このため従来の $20\mu\text{m}$ 以下の平均粒径を持つセルロース微粉末が水を媒体としたクリーム状または含水ケーキ状の形態で販売されており、計量、運搬等が困難であり、腐敗を防ぐために無菌処理、防腐処理、防カビ処理等が必要であるという問題点を解決できるものである。

【0033】本発明に係る前記水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子の平均粒径とは、レーザー回折散乱粒度分布測定装置（マイクロトラックModel-9220-SRA、日機装製）を用いて測定した時の、粒子全体の体積に対する積算体積が50%になるときの粒子の球形積算直径を示す。測定に当たっては試料を攪拌しながら水中に分散させた後、超音波処理を少なくとも1分以上行ったものについて測定を行った。

【0034】本発明における水性潤滑組成物は、水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子と水との重量比は作動油等に用いる場合は2:98~15:85、好ましくは2:98~10:90である。水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子の量が2未満の場合には、粘度が低すぎて油圧ポンプ等の機器類が摩耗しやすくなり、また油圧ポンプのランナ回りの洩れ損失も大きくなる、一方、水不溶性のカルボキシメチルセルロースの量が15を超えると粘度が上昇し過ぎて油圧ポンプの負荷が過大になる。

【0035】また、本発明の潤滑組成物をギヤオイル等の高粘稠オイルとして使用する場合には、粘度を1000P（ポアズ）~3000P、更には2000P~2500Pとすることが好ましい。このような粘度の潤滑組成物は、水不溶性のカルボキシメチルセルロースと水との重量比を5:95~25:75程度とするのが好ましい。ギヤオイルの場合はHST等の潤滑オイルよりも粘度を高くする必要があるため、水不溶性のカルボキシメチルセルロースの含量が5重量%以上であることが好ましい。ただし、25重量%を超えると流動性が低下するという欠点がある。

【0036】本発明の潤滑組成物に添加することのできる分散剤としては公知の水性分散剤、好ましくは生分解性を兼ね備えた水性分散剤が用いられる。分散剤としてはポリオキシアルキレンアルキルエーテル類、ポリオキシアルキレン脂肪酸エステル類、高級アルコール硫酸エステル類、ポリカルボン酸類、水溶性リグニン変性物、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物等が例示される。さらに、キサンタンガム、グアガム及びタマリンドガムの群から選ばれる少なくとも1種の多糖類を使用することが好ましい。その他、本発明に使用できる分散剤としては、同じく食品添加物として認められているアラビアガム、カラヤガム、水溶性カルボキシメチルセルロース等が挙げられる。

【0037】さらに、必要に応じて公知の界面活性剤、水性樹脂等も併用することができる。更に、公知の水性増粘剤を併用することもできる。これら添加によって、油圧ポンプ等の機器類のシール性や油滑性が改良され、耐久性も向上する。

【0038】分散剤が水に溶解しにくい場合には、前もって調製しておいた分散剤水溶液を使用して上記水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース分散液を作

成するか、または前記水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロースをこの分散剤水溶液で希釈する方法が勧められる。これら分散剤の添加量は、水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子に対して0.1～5.0重量%が好ましいが、さらに好ましくは0.5～3重量%である。

【0039】本発明と併用できる酸化防止剤としては、公知の水溶性又は水分散性の酸化防止剤を用いることができる。食品添加物用酸化防止剤を用いることが好ましく、例としてビタミンC（L-アスコルビン酸）、ソルビン酸、ソルビン酸ナトリウム等が挙げられる。これらの酸化防止剤は比較的水に溶解しやすいため、前記分散剤と異なってどの工程においても添加可能である。酸化防止剤の添加量は水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子に対して0.01～2.0重量%が好ましい。これらの酸化防止剤の添加によって金属製機器類の錆発生を防止される。

【0040】本発明の用いられる油としては公知の潤滑用油を用いることができる。油は生分解性油であることが好ましい。また、塑性加工用潤滑剤として使用する場合には、その使用温度によって油の凝固点を選択し用いられる。

【0041】また、油分を含浸させる割合は、水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子と油分の重量比が1/0.05～1/1であることが好ましい。重量比が1/0.05より低い場合には潤滑性の改善効果が十分では無く、1/1より大きい場合には分散安定性が損なわれ易くなる。

【0042】油分の含浸方法としては公知の方法を用いることができるが、液状または何らかの方法で液状化した油分をスプレーで水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子に噴霧するかまたは固形の油分を粉末化し水不溶性又は水膨潤性カルボキシメチルセルロース粒子と混合した後、油分の凝固点以上に昇温する方法が例示される。

【0043】塑性加工用潤滑組成物に於いては金型やロールへの付着性、耐揮発性を向上させることを目的としてバインダーを添加することが望ましい。バインダーとしては酸化ほう素、ほう酸、ほう酸カリウム等のほう素化合物、ポリサッカライド、水溶性カルボキシメチルセルロース、水性アクリル樹脂、酢酸ビニル系樹脂等が例示される。

【0044】

【作用】本発明の潤滑組成物は、適度な粘度を有する水性の分散液であるため、不燃性の作動液等に使用できる。また、水、セルロース、その他分散剤或いは酸化防止剤を用いるため、環境を汚染することがきわめて少ない。

【0045】

【実施例】以下、本発明の実施の形態を実施例により説

明するが、本発明はこれによって限定されるものではない。なお、配合量を示す「部」はすべて「重量部」を示す。

【0046】【製造例1】晒クラフトパルプ100部を、イソプロパノール(IPA)435部と水65部とNaOH29.6部の混合液中にいれ、30℃で1時間攪拌した。このスラリー系に50%モノクロル酢酸のIPA溶液14.0部を加え、70℃に昇温し1.5時間反応させた。得られた反応物を80%メタノールで洗浄し、その後メタノールで置換し乾燥させ、DS0.11のカルボキシメチルエーテル化したセルロース誘導体を得た。このセルロース誘導体を衝撃式粉碎機（サンプルミル；スクリーン開口径1ミリ、ホソカワミクロン製）を用い乾式で粉碎した。なお、粉碎後のDSに変化はなく、平均粒径は148μmであった。

【0047】【製造例2】晒亜硫酸パルプ100部を、イソプロパノール(IPA)435部と水65部とNaOH39.5部の混合液中にいれ、45℃で0.5時間攪拌した。このスラリー系に50%モノクロル酢酸のIPA溶液9.0部を加え、70℃に昇温し1.5時間反応させた。得られた反応物を80%メタノールで洗浄し、その後メタノールで置換し乾燥させ、DS0.06のカルボキシメチルエーテル化したセルロース誘導体を得た。このセルロース誘導体を衝撃式粉碎機（サンプルミル；スクリーン開口径0.3ミリ、ホソカワミクロン製）を用い乾式で粉碎した。なお、粉碎後のDSに変化はなく、平均粒径は57μmであった。

【0048】【製造例3】粉末セルロース（KCフロックW-400G、日本製紙製）100部を、イソプロパノール(IPA)522部と水78部とNaOH44.4部の混合液中にいれ、55℃で0.5時間攪拌した。このスラリー系に50%モノクロル酢酸のIPA溶液45.0部を加え、70℃に昇温し1.5時間反応させた。得られた反応物を80%メタノールで洗浄し、その後メタノールで置換し乾燥させ、DS0.30のカルボキシメチルエーテル化したセルロース誘導体を得た。平均粒径は23μmであった。

【0049】【製造例4】粉末セルロース（KCフロックW-400G、日本製紙製）100部を、イソプロパノール(IPA)522部と水78部とNaOH44.4部の混合液中にいれ、55℃で0.5時間攪拌した。このスラリー系に50%モノクロル酢酸のIPA溶液45.0部を加え、70℃に昇温し1.5時間反応させた。得られた反応物を80%メタノールで洗浄し、その後メタノールで置換し乾燥させ、DS0.30のカルボキシメチルエーテル化したセルロース誘導体を得た。このセルロース誘導体をマスコロイダー（増幸産業製）を用い湿式で磨砕した。なお、粉碎後のDSに変化はなく、平均粒径8μmはであった。

【0050】【製造例5】衝撃式粉碎機によって粉碎し

たリンターパルプ(平均粒径 $46\mu\text{m}$)100部を、イソプロパノール(IPA)522部と水78部とNaOH44.4部の混合液中にいい、 45°C で0.5時間攪拌した。このスラリー系に50%モノクロル酢酸のIPA溶液28.0部を加え、 70°C に昇温し1.5時間反応させた。得られた反応物を80%メタノールで洗浄し、その後メタノールで置換し乾燥させ、DS 0.23のカルボキシメチルエーテル化したセルロース誘導体を得た。このセルロース誘導体を振動ボールミル(中央化工機製)を用い乾式で粉碎した後、気流式粉碎機(ジェットミル、ホソカワミクロン製)で再粉碎し平均粒径 $6\mu\text{m}$ の粉体を得た。

【0051】[製造例6]粉末セルロース(KCフロックW-400G、日本製紙製)に水を加えてセルロース含量5重量%とした。

【0052】上記スラリーを媒体攪拌湿式粉碎装置(タワミル、クボタ株式会社製)によって平均粒径が $0.6\mu\text{m}$ になるまで粉碎した。この分散液は不透明な乳白色を呈しており、粘度は 230cP (25°C)であった。この分散液を固形分10重量%にまで濃縮した。

【0053】[製造例7]粉末セルロース(KCフロックW-200G、日本製紙製)に水を加えてセルロース含量10重量%とし、マスコロイダー(増幸産業製)を用い平均粒径が $5.0\mu\text{m}$ となるまで湿式で磨砕した。

【0054】上記製造例に基づきえられた配合剤を用 *

*い、表-1に示す処方にしたがって潤滑組成物を調整した。

【0055】[実施例1~5、比較例1, 2]表-1に示す配合によって水性潤滑組成物を調整した。なお、油分を含侵させる場合はあらかじめ油分とセルロース系材料を油分の凝固点以上に加温し、攪拌中のセルロース系材料に油分をスプレーし冷却した。水にセルロース系材料および各種添加剤を溶解あるいは分散させた。

【0056】潤滑性能は公知のリング圧縮試験法によって以下の方法によって摩擦係数を測定し評価した。まず、SUS304からなる外径 $3\text{mm}\phi$ 、内径 $15\text{mm}\phi$ 、厚さ 7.5mm のリング試験片を用意し、 $10\text{g}/\text{m}^2$ の割合で表-1に示す潤滑組成物を塗布した平滑且つ平行な表面を持つ一対の平板の間にセットしプレスして、リングの高さと内径の変化率から公知の方法によって摩擦係数を算出した。

【0057】なお、比較例1, 2においては、製造例6, 7で得られた水性分散液を用いたため、固形分を補正して潤滑組成物を調整した。

【0058】又、実施例1~3及び比較例3, 4に於いてはリングと平板を 250°C に加熱してリング圧縮試験を行った。

【0059】

【表-1】

表1

	実1	実2	実3	実4	実5	比1	比2	比3	比4
セル ロ ー ス 系 材 料	製造例1	20							
	製造例2		20						
	製造例3			20					
	製造例4				10				
	製造例5					10			
	製造例6						10		
	製造例7							10	
油 分	KCフロックW-400G							20	
	7c'セル								20
ほう酸	硬化牛脂油	10		10				10	
	アライツ		15						15
ほう酸	2	2				2	2	2	
グアガム					2	2			
ポリリン酸エステル	8	8	8			8		8	8
リピソ酸	1	1	1	1	1	1	1	1	1
水量	80	70	65	95	90	90	90	80	75
摩擦係数	0.14	0.16	0.17	0.12	0.10	0.22	0.24	0.26	0.82

7c'セル FD-20、平均粒径 $16\mu\text{m}$ 、旭化成工業製

【0060】

【発明の効果】以上説明したように本発明の水性潤滑組成物用カルボキシメチルセルロースを含有する水性潤滑組成物は、適度な粘度を有する水性の分散液であるた

め、切削液、潤滑液、及び静油圧無段変速装置(HSTと略)等の作動液、その他の用途に好適に使用できる。

【0061】また、水、セルロースを主体としており、仮に河川等に流失しても生分解性が高く、環境汚染を引

き起こす心配がない。更に酸化防止剤を添加した場合 * する。
は、金属製の機器類の錆発生を改善することが可能である *

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

F I

C 1 0 N 20:06

40:04

40:22

70:00